SNI 06-2128-1991

Standar Nasional Indonesia

Asam formiat teknis

ICS 71.060.30

Badan Standardisasi Nasional

PENDAHULUAN

Standar ini merupakan revisi dari Standar Industri Indonesia untuk Asam Format Teknis (SII. 1170 - 84). Penyusunan dilakukan berdasarkan kebijaksanaan pemerintah terutama dalam rangka mendukung pengembangan ekspor Asam Formiat Teknis serta perlindungan konsumen.

Standar yang disajikan ini merupakan hasil pembahasan rapat sebelumnya (tanggal 20 Desember 1988) dan telah dirumuskan dalam Rapat Konsensus Nasional pada tanggal 10 Januari 1989. Hadir dalam pertemuan tersebut pihak produsen, konsumen dan instansi pemerintah yang terkait. Perubahan terjadi terutama dalam syarat mutu sedangkan cara uji pada prinsipnya tetap seperti SII yang terdahulu.

Revisi ini perlu diadakan mengingat perkembangan industri dalam negeri, antara lain dengan telah dimulainya produksi Asam Formiat di Indonesia.
Bahan Baku untuk pembuatan Asam Formiat tersebut juga sudah dapat diproduksi di dalam negeri.

Standar ini diacu dari :

1. British Standard BS 4341 : 1968, Methods of test for formic acid.
2. Kodeks makanan Indonesia tentang bahan makanan, 1979.
3. A text-book of Quantitative Inorganic Analysis, Arthur I Vogel. DSc.
4. Encyclopedia of Chemical Technology vol. 6, Kirk and Othmer.
5. Data produsen, konsumen dan impor.
6. Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis Vol. 13 Foster Del Snell and Leslie S Ettre.

ASAM FORMIAT TEKNIS

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan asam formiat teknis.

2. DEFINISI

Asam formiat teknis yang dikenal juga dengan nama asam formiat atau asam semut adalah suatu cairan jernih tak berwarna, mudah menguap, berbau khas yang bagian terbesarnya asam formiat dengan rumus kimia HCOOH dan digunakan untuk industri.

3. SYARAT MUTU

Syarat mutu asam formiat teknis dapat dilihat pada tabel di bawah ini.

Tabel
Syarat Mutu Asam Formiat Teknis

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan
1.	Asam Formiat (HCOOH), % berat	–	Min. 90
2.	Asam Asetat (CH_3COOH), % berat	–	Seangin
3.	Klorida, (Cl^-)	ppm	Maks. 20
4.	Sulfat, ($SO_4^{=}$)	ppm	Maks. 10
5.	Besi, (Fe^{+++})	ppm	Maks. 5
6.	Logam berat (Timbal, Pb)	ppm	Maks. 5

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SII. 0427 - 81, *Petunjuk Pengambilan Contoh Cairan dan Semi Padat.*

5. CARA UJI

5.1. Asam Formiat (HCOOH)

5.1.1. Prinsip

Asam formiat dititrasi langsung dengan larutan natrium hidroksida (Na OH) dan sebagai larutan penunjuk adalah phenolphtalein.

5.1.2. Peralatan

- Neraca analitis
- Labu Erlenmeyer 250 ml bertutup asah
- Buret 50 ml.

5.1.3. Pereaksi

- Larutan Natrium Hidroksida (Na OH) 1 N
- Larutan penunjuk phenolphtalein 0,1 %.

5.1.4. Cara kerja

Timbang dengan teliti 1,2 - 1,5 g contoh dalam labu Erlenmeyer 250 ml bertutup asah yang berisi 50 ml air.

Tambah 2 - 3 tetes indikator phenolphtalein dan titrasi dengan larutan natrium hidroksida 1 N sampai larutan berwarna merah muda.

Perhitungan :

$$\text{Kadar asam formiat (HCOOH)} = \frac{\text{ml NaOH x N NaOH x 46,026}}{\text{mg contoh}} \times 100\,\%$$

5.2. Asam Asetat (CH_3 COOH)

5.2.1. Prinsip

Asam asetat dan asam-asam lainnya selain asam formiat ditetapkan secara titrasi dengan natrium hidroksida setelah asam formiat secara kuantitatif dioksidasi dengan raksa (II) oksida berlebihan.

5.2.2. Peralatan

- Neraca analitis
- Labu Erlenmeyer gelas bertutup asah 250 ml
- Pipet gondok 5 ml
- Pendingin tegak
- Lemari pengering, oven
- Gelas piala 250 ml
- Pengaduk magnet
- pH meter
- Mikro buret 10 ml.

5.2.3. Pereaksi

- Larutan asam asetat (CH_3 COOH) 0,5 %
  (Encerkan 5 ml asam asetat glasial dengan air sampai 1000 ml.
- Raksa (II) oksida (Hg O)
- Larutan natrium hidroksida (Na OH) 0,1 N.

5.2.4. Cara kerja

Timbang dengan teliti lebih kurang 5 g contoh dalam labu Erlenmeyer 250 ml bertutup asah, tambah dengan pipet 5 ml larutan asam asetat, 5,5 g

raksa (II) oksida untuk setiap gram asam formiat yang ada dalam contoh dan kemudian encerkan dengan air sampai kira-kira menjadi 30 ml. Pasang labu dengan pendingin tegak dan panaskan dengan hati-hati selama 10 menit. Refluks dengan perlahan-lahan selama 30 menit. Bilasi pendingin tegak dengan 20 - 25 ml air, dinginkan labu pada suhu kamar dan tuangkan isinya ke dalam gelas piala 250 ml. Bilas labu dengan 20 - 25 ml air dan masukkan air pembilas ke dalam piala. Aduk larutan kuat-kuat dengan menggunakan pengadukan magnet dan dengan pengadukan terus menerus titrasi larutan dengan larutan natrium hidroksida 0,1 N dan pergunakan pH meter yang dilengkapi elektroda kaca untuk mengetahui titik akhir reaksi.

Gunakan titik akhir titrasi pada pH 8,6. (A).
Kerjakan juga penetapan blangko dengan menggunakan pereaksi-pereaksi yang digunakan untuk penetapan contoh dan begitu pula kondisinya harus sama. Untuk blangko gunakan titik akhir titrasi pada pH 8,3. (B).

Perhitungan :

Kadar asam asetat (CH_3COOH)

$$= \frac{(A - B) \times N\ NaOH \times 60{,}054}{\text{mg contoh}} \times 100\ \%$$

Dimana :

A = Volume larutan natrium hidroksida yang digunakan untuk titrasi contoh, dalam ml.

B = Volume larutan natrium hidroksida yang digunakan untuk titrasi blangko dalam ml.

60,054 = BM asam asetat.

5.3. Klorida (Cl)

5.3.1. Prinsip

Ion klorida dalam jumlah kecil dengan ion perak membentuk endapan berwarna putih yang bersifat koloid.
Absorban suspensi dapat diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 440 nm. Nilai absorban sesuai dengan konsentrasi ion-ion klorida.

5.3.2. Peralatan

- Neraca analitis
- Labu ukur 50 ml
- Pipet godok 10 ml
- Mikro buret 5 ml
- Spektrofotometer.

5.3.3. Pereaksi

- Asam nitrat pekat (HNO_3)
- Larutan perak nitrat ($AgNO_3$) 10 %
- Larutan baku klorida (Cl) 10 ppm :

Larutan 1,649 g natrium klorida kering dengan air dalam labu ukur 1000 ml, encerkan sampai tanda garis dengan air dan kocok. Pipet 10 ml larutan tersebut ke dalam labu ukur 1000 ml, encerkan dengan air sam - pai tanda garis dan kocok. Larutan ini mengandung 0,01 mg klorida per ml larutan.

5.3.4. Cara kerja

Timbang dengan teliti lebih kurang 10 g contoh, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda garis. Pipet 10 ml larut-an tersebut ke dalam labu ukur - 50 ml dan encerkan sampai larutan kira-kira menjadi 40 ml. Juga siapkan enam buah labu ukur - 50 ml yang berisi 0,0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 dan 3,0 ml larutan baku klorida, encerkan dengan air sampai larutan menjadi kira-kira 40 ml. Ke dalam setiap labu ukur terse - but, yaitu ke dalam labu ukur yang mengandung larutan contoh dan larutan baku, tambah 3 tetes asam nitrat pekat, 3 tetes larutan perak nitrat 10 % dan encerkan sampai tanda garis dengan air.

Kocok larutan-larutan tersebut dan biarkan ditempat gelap pada temperatur kamar selama tidak kurang dari 5 menit dan tidak lebih dari 15 menit. Ukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 440 nm.. Buat kurva kalibarasi antara konsentrasi larutan baku dengan absorbansi, tentukan jumlah klorida dalam larutan contoh dengan pertolongan kurva standar.

Perhitungan :

$$\text{Kadar klorida (Cl)} = \frac{W \times 1000 \times p}{w} \text{ ppm}$$

Dimana :

W = Jumlah klorida yang ada dalam kurva standar yang paling sesuai deng-an contoh, dalam mg.

w = Bobot contoh, dalam gram

P = Faktor pengenceran.

5.4. Sulfat (SO_4)

5.4.1. Ion sulfat dalam suasana asam klorida dengan barium klorida akan membentuk endapan putih. Absorban suspensi barium sulfat dapat diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm. Nilai absorban seban - ding dengan konsentrasi ion-ion sulfat.

5.4.2. Peralatan

- Neraca analitis
- Gelas piala 100 ml
- Penangas air
- Labu ukur 50 ml
- Mikroburet 10 ml
- Spektrofotometer

5.4.3. Pereaksi

- Larutan natrium karbonat ($Na_2 CO_3$) 1 N
- Metanol absolut ($CH_3 OH$)
- Asam klorida (HCl) 5 N
- Larutan barium klorida ($Ba Cl_2$) 0,5 M
- Larutan baku sulfat (SO_4) 100 ppm :

  Larutan 0,148 g natrium sulfat anhidrat dengan air dalam labu ukur 1000 ml, encerkan dengan air sampai tanda garis dan kocok. Larutan ini mengandung 0,1 mg sulfat dalam 1 ml larutan.

5.4.4. Cara kerja

Timbang dengan teliti lebih kurang 10 g contoh dalam gelas piala 100 ml, tambah 0,2 ml larutan natrium karbonat 1 N dan uapkan sampai kering pada penangas air.

Larutkan residu dengan sedikit air dan sambil dibilasi masukkan ke dalam labu ukur 50 ml, kemudian encerkan dengan air sampai menjadi kira-kira 30 ml. Siapkan 6 buah labu ukur - 50 ml yang berisi 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; dan 10,0 ml larutan baku sulfat, kemudian encerkan dengan air sampai larutan menjadi kira-kira 30 ml. Ke dalam setiap labu ukur tersebut, yaitu ke dalam labu ukur yang mengandung larutan baku dan larutan contoh, tambah 10 ml metanol absolut dan 1 ml asam klorida 5 N, campur dengan seksama, tambah 1 ml larutan barium klorida 0,5 M dan tepatkan sampai tanda garis dengan air, biarkan selama 1 jam. Setelah itu ukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi larutan baku dengan absorbansi. Tentukan jumlah sulfat dalam larutan contoh dengan pertolongan kurva standar.

Perhitungan :

$$\text{Kadar sulfat } (SO_4) = \frac{W \times 1000}{w} \text{ ppm}$$

Dimana :

W = jumlah sulfat yang ada dalam kurva standar yang paling sesuai dengan contoh, dalam mg.

w = bobot contoh, dalam gram.

5.5. Besi (Fe)

5.5.1. Prinsip

Besi dalam bentuk besi (III) akan membentuk ion kompleks dengan tiosianat yang berwarna merah darah. Absorban larutan berwarna yang dihasilkan dapat diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 480 nm. Nilai absorban sebanding dengan nilai konsentrasi ion-ion besi.

5.5.2. Peralatan

- Neraca analitis

- Gelas piala 100 ml
- Penangas air
- Labu ukur 100 ml
- Labu ukur 50 ml
- Pipet gondok 25 ml
- Gelas ukur 10 ml
- Mikroburet 10 ml
- Spektrofotometer.

5.5.3. Pereaksi

- Natrium karbonat ($Na_2 CO_3$)
- Asam klorida (HCl)
- Amonium persulfat, $(NH_4)_2 S_2 0_8$
- Larutan amonium tiosianat ($NH_4 CN_5$) 3M
- Larutan baku besi (Fe) 10 ppm
- Larutan asam sulfat 10 % :

  Larutkan 0,8635 g feri amonium sulfat ($Fe NH_4 (SO_4)_2 . 12 H_20$) dengan 20 ml asam sulfat 10 % dalam labu ukur 1000 ml dan encerkan dengan air sampai tanda garis. Pipet 10 ml larutan tersebut ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda garis. Larutan ini mengandung 0,01 mg besi dalam 1 ml larutan.

5.5.4. Cara kerja

Timbang dengan teliti lebih kurang 5 g contoh dalam gelas piala 100 ml, tambah 10 mg natrium karbonat dan uapkan sampai kering pada penangas air. Larutkan residu dengan 6 ml asam klorida dan masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, tepatkan dengan air sampai tanda garis. Pipet 25 ml larutan tersebut ke dalam labu ukur 50 ml, tambah 30 - 50 mg amonium persulfat dan 3 ml larutan amonium tiosianat - 3 M dan encerkan sampai tanda garis. Juga siapkan 6 buah labu ukur 50 ml yang lain, masukkan ke dalam setiap labu ukur tersebut dengan pertolongan mikroburet 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 dan 10,0 larutan baku besi, tambah 30 - 50 mg amonium-persulfat, 3 ml amonium tiosianat - 3 M dan encerkan dengan air sampai tanda garis, ukur absorban larutan-larutan baku dan contoh dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 480 nm. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi larutan baku dengan absorbansi. Tentukan jumlah besi dalam larutan contoh dengan pertolongan kurva standar.

Perhitungan :

$$\text{Kadar besi (Fe)} = \frac{W \times P \times 1000}{w} \text{ ppm}$$

Dimana :

W = jumlah besi yang ada dalam kurva standar yang paling sesuai dengan contoh, dalam mg.

P = faktor pengenceran

w = bobot contoh, dalam gram.

5.6. Logam berat (timbal, Pb)

5.6.1. Prinsip

Logam berat Pb dengan asam sulfida menghasilkan warna hitam.

5.6.2. Peralatan

- Neraca analitis
- Gelas piala 100 ml
- Tabung Nessler 50 ml
- Penangas air.

5.6.3. Pereaksi

- Natrium karbonat ($Na_2 CO_3$)
- Asam Asetat (CH_3 COOH) 1N
- Larutan asam sulfida jenuh (H_2S)
- Larutan baku timbal (Pb) 10 ppm :

  Larutkan 159,8 mg timbal nitrat dalam 100 ml air yang mengandung 1 ml asam nitrat pekat dan kemudian encerkan dengan air sampai 1000 ml dalam labu ukur. Pada waktu mau digunakan, pipet 10 ml larutan tersebut ke dalam labu ukur - 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda garis.

  Larutan ini mengandung 0,01 mg timbal dalam 1 ml larutan.
- Timbal nitrat Pb $(NO_3)_2$
- Asam nitrat pekat.

5.6.4. Cara kerja

Timbang dengan teliti lebih kurang 2 g contoh dalam gelas piala 100 ml, tambah kira-kira 10 mg natrium karbonat dan uapkan pada penangas air sampai kering. Ke dalam residu tambah 2 ml asam asetat - 1 N dan encerkan sampai 25 ml dengan air. Pindahkan larutan contoh tersebut ke dalam tabung Nessler - 50 ml. Ke dalam 9 buah tabung Nessler - 50 ml lain yang berisi 0,0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2,0; 2,4; 2,8 dan 3,2 ml larutan baku timbal, tambah 2 ml asam asetat - 1N dan encerkan dengan air sampai 25 ml. Ke dalam tabung larutan contoh dan larutan baku tambah 10 ml larutan asam sulfida jenuh, campur dengan seksama dan biarkan pada suhu kamar selama 10 menit. Bandingkan warna larutan contoh dengan larutan baku. Catat larutan baku yang warnanya paling sesuai dengan larutan contoh.

Perhitungan :

$$\text{Logam berat (Timbal, Pb)} = \frac{W \times 1000}{w} \text{ ppm}$$

Dimana :

W = jumlah timbal yang ada dalam kurva standar yang paling sesuai dengan larutan contoh, dalam mg.

w = bobot contoh, dalam gram.

6. CARA PENGEMASAN

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat dan disegel, tidak bereaksi dengan isi, dengan mempertimbangkan keamanan dan keselamatan selama pengangkutan dan penyimpanan.

7. SYARAT PENANDAAN

Pada label sekurang-kurangnya harus dicantumkan :

- Kadar asam formiat
- Berat bersih
- Merek/nama dagang
- Nama, alamat dan lambang produsen
- Tanda bahaya.